

Оптимальные условия хроматографирования и экстракции при определении эфиров полибромированных бифенилов в рыбе

Тимофеева О.Н., Гринкевич И.С.

Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены»,

г.Минск, Республика Беларусь,

E-mail: rspch@rspch.by

Эфиры полибромированных дифенилов (ПБДЭ) применяются при производстве мебели, пластика, электрооборудования в качестве антивоспламенителей. ПБДЭ являются стойкими органическими загрязнителями, их концентрация в объектах окружающей среды увеличивается в течение последнего десятилетия. ПБДЭ – липофильные соединения, имеют способность к бионакоплению, могут вызывать нарушение функций щитовидной железы, расстройства нервной системы, способствовать развитию рака. Основной путь поступления ПБДЭ в организм человека – с пищей, особенно содержащей большое количество жира, например, жирная рыба. По своим свойствам похожи на полихлорированные бифенилы (ПХБ).

В условиях глобального загрязнения окружающей среды ПБДЭ необходима методика анализа этих соединений, позволяющая контролировать безопасность продуктов питания, проводить мониторинг содержания ПБДЭ.

С целью разработки методики анализа ПБДЭ в рыбе и рыбной продукции изучены условия их газохроматографического определения, экстракция, методы очистки экстракта на примере стандартных растворов 2,2,4,4–тетрабромдифенилового эфира (БДЭ-47) и 2,2,4,4,5–пентабромдифенилового эфира (БДЭ-99) - доминирующих конгенов в пищевых продуктах.

Разработаны оптимальные условия газохроматографического определения БДЭ-47 и БДЭ-99 с использованием электрозахватного детектора (ДЭЗ) и капиллярной колонки VB-5 (30 м x 0,25 мм x 0,25 мкм). Газ-носитель – водород (давление 45 кПа). Программирование температуры – от 90 до 300 °С. Градуировочная зависимость линейна в диапазоне 0,001 - 0,1 мкг/см³. Предел количественного определения ПБДЭ в продуктах - 0,1 мкг/кг. Установленные условия хроматографирования позволяют получить на хроматограмме разделение критической пары соединений БДЭ-47 и ПХБ 180.

Изучены условия экстракции ПБДЭ из рыбы с использованием растворителей или их смесей различной полярности. Установлено, что оптимальным способом экстракции ПБДЭ из рыбы является использование слабополярной смеси гексан-ацетон (1:1) при центрифугировании.

Исследованы условия очистки экстракта от совместно экстрагирующихся липидов с применением разрушающих и неразрушающих методов очистки: очистка концентрированной серной кислотой; очистка методом перераспределения между двумя несмешивающимися жидкостями (гексан-диметиформамид); очистка методом колоночной хроматографии; очистка методом твердофазной экстракции (ТФЭ). Разработаны оптимальные условия очистки экстракта при определении ПБДЭ в рыбе: однократное воздействие концентрированной серной кислотой при соотношении фаз гексан-серная кислота (5:1); очистка с использованием колоночной хроматографии (силикагель) или картриджей для ТФЭ на основе силикагеля. Методика находится на стадии метрологической аттестации.